

02.09.98

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1998年 7月29日

REC'D 27 OCT 1998

WIPO

PCT

出 願 番 号
Application Number:

平成10年特許願第214596号

出 願 人
Applicant(s):

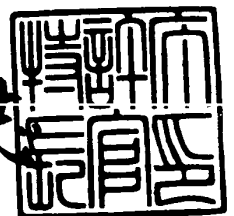
セイコーエプソン株式会社

PRIOR DOCUMENT

1998年10月 9日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

山 建 志



出証番号 出証特平10-3080411

【書類名】 特許願

【整理番号】 J0070847

【提出日】 平成10年 7月29日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H05B 33/10

【発明の名称】 正孔注入輸送層用組成物、その製造方法と有機EL素子の製造方法および有機EL素子

【請求項の数】 17

【発明者】

 【住所又は居所】 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

 【氏名】 関 俊一

【発明者】

 【住所又は居所】 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

 【氏名】 木口 浩史

【特許出願人】

 【識別番号】 000002369

 【氏名又は名称】 セイコーエプソン株式会社

 【代表者】 安川 英昭

【代理人】

 【識別番号】 100093388

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 鈴木 喜三郎

 【連絡先】 0266-52-3139

【選任した代理人】

 【識別番号】 100095728

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 上柳 雅誉

【選任した代理人】

【識別番号】 100107261

【弁理士】

【氏名又は名称】 須澤 修

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 平成 9年特許願第237103号

【出願日】 平成 9年 9月 2日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013044

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9711684

【プルーフの要否】 要

【書類名】明細書

【発明の名称】正孔注入輸送層用組成物、その製造方法と有機EL素子の製造方法および有機EL素子

【特許請求の範囲】

【請求項1】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項2】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含む分散させインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記組成物の粘度が $1 \text{ cps} \sim 20 \text{ cps}$ であることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項3】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記組成物の表面張力が $20 \text{ dyne/cm} \sim 70 \text{ dyne/cm}$ であることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項4】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であり、かつ該組成物の粘度が $1 \text{ cps} \sim 20 \text{ cps}$ であることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項5】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

0°～170°であり、かつ該組成物の表面張力が20dyne/cm～70dyne/cmであることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項6】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記組成物の粘度が1cps～20cpsであり、かつ該組成物の表面張力が20dyne/cm～70dyne/cmであることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項7】有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が30°～170°であり、かつ該組成物の粘度が1cps～20cpsであって前記組成物の表面張力が20dyne/cm～70dyne/cmであることを特徴とする正孔注入輸送層用組成物。

【請求項8】前記導電性化合物は高分子である請求項1ないし7のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。

【請求項9】前記導電性高分子の濃度は0.01～10wt%である請求項1ないし8のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。

【請求項10】前記導電性高分子が前記溶媒として極性溶媒に溶解または分散された状態で存在する請求項1ないし9のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。

【請求項11】前記組成物中には湿潤剤が含まれている請求項1ないし10のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。

【請求項12】前記極性溶媒が水と低級アルコールの混合溶媒である請求項1ないし11のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。

【請求項13】前記極性溶媒が水とセロソルブ系溶媒の混合溶媒である請求項1ないし11のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。

【請求項14】超音波処理とその後のろ過工程を有することを特徴とする請求項1ないし13のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物の製造方法。

【請求項 15】請求項 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物をインクジェット方式によりパターン成膜することを特徴とする有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 16】請求項 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物を用いたインクジェット方式によるパターン成膜後、加熱処理により正孔注入輸送層を形成する工程を有することを特徴とする請求項 15 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 17】請求項 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物を用い、請求項 16 に記載の方法によって形成される正孔注入層を有する有機 EL 素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

ディスプレイ、表示光源などに用いられる電氣的発光素子である有機 EL 素子の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

蛍光性有機分子を含む固体薄膜を電極で挟み電荷を印加すると陽極から正孔（ホール）が、陰極から電子が注入され、これらのキャリアは印加電場により薄膜中を移動し再結合を起こす。この再結合の際放出されたエネルギーは蛍光分子の一重項励起状態（分子励起子）の形成に消費され、この一重項励起子の基底状態への緩和にともなって放出される蛍光を利用した素子が有機 EL 素子である。

【0003】

発光層のみからなる単層型構造素子では発光効率が低く、耐久性に問題があるため、陽極と発光層間に密着性の良い正孔注入輸送層を設けた二層構造型素子が提案されている。積層構造を採用することはキャリアの注入／輸送バランスおよびキャリアの再結合部位を制御することで発光効率、耐久性を向上することができる。また、発光、注入／輸送といった機能を別々の材料に分担させることができるため、材料、素子の最適設計が可能になるという利点を持つ。

【0004】

これまで二層積層型有機EL素子の正孔注入輸送層化合物としては、ポルフィリン化合物（U. S. Patent 4356429, 4720432）、アニリンやピリジンおよびそれらの誘導体低分子（特開平 3-34382）、あるいはカーボン層用いた正孔注入層（特開平 8-31573）などがこれまでに提供されている。これらの低分子系材料を用いた正孔注入輸送層形成には、真空蒸着やスパッタによる成膜法が一般的である。高分子材料としてはポリアニリン（Nature, 357, 477（1992））などが知られ、スピコートなどの湿式法で成膜される。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、真空蒸着やスパッタによる成膜法はバッチ処理であり長時間を有するため量産効率が悪い。また低分子材料の場合には成膜後結晶化しやすく、素子の信頼性が低下するといった課題を有する。一方、高分子材料の場合は分子設計上の自由度が高く、湿式のため材料の最適化がしやすいという利点を有するが、スピコートなどの成膜法は材料の殆どを浪費するという大きな問題がある。

【0006】

更に、フルカラーディスプレイなど材料の微細パターンニングが必要とされる場合、蒸着法においては高精度のパターニングは困難であり、またフォトリソグラフィによるパターンニング工程に対しては材料に耐性がないという根本的な問題がある。高分子材料においても同様な問題を有する。正孔注入輸送層あるいはバッファ層として用いられる材料は導電性を有するものであるから完全なパターンニングが実現できなければ同一基板上に設けられた隣画素間での漏電を引き起こす原因となる。

【0007】

そこで、本発明は、材料や素子設計の最適化を行うことができ、かつ簡便、短時間、低コストで精度の高いパターンニング成膜を行うことができる正孔注入輸送層用組成物、その製造法と有機EL素子の製造法およびこの方法で製造した有機

EL素子を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

これらの課題は下記(1)～(17)の本発明によって達成される。

【0009】

(1) 請求項1記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことによりインク液滴の飛行曲がりを押さえ、吐出量および吐出タイミングの制御が可能となる。

【0010】

(2) 請求項2記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記組成物の粘度が $1\text{ cps} \sim 20\text{ cps}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことにより吐出を円滑にし、ノズル孔の目詰まりを押さえることができる。

【0011】

(3) 請求項3記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記組成物の表面張力が $20\text{ dyne/cm} \sim 70\text{ dyne/cm}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことによりインク液滴の飛行曲がりを押さえ、吐出量および吐出タイミングの制御が可能となる。

【0012】

(4) 請求項4記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒

を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であり、かつ該組成物の粘度が $1\text{ cps} \sim 20\text{ cps}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことによりノズル孔の目詰まり、インク液滴の飛行曲がりを押さえるとともに吐出を円滑にし、吐出量および吐出タイミングの制御が可能となる。

【0013】

(5) 請求項5記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であり、かつ該組成物の表面張力が $20\text{ dyne/cm} \sim 70\text{ dyne/cm}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことによりインク液滴の飛行曲がりを押さえ、吐出量および吐出タイミングの制御が可能となる。

【0014】

(6) 請求項6記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記組成物の粘度が $1\text{ cps} \sim 20\text{ cps}$ であり、かつ該組成物の表面張力が $20\text{ dyne/cm} \sim 70\text{ dyne/cm}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことによりノズル孔の目詰まり、インク液滴の飛行曲がりを押さえるとともに吐出を円滑にし、吐出量および吐出タイミングの制御が可能となる。

【0015】

(7) 請求項7記載の正孔注入輸送層用組成物は、有機EL素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも1種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物であって、前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材

料に対する前記組成物の接触角が $30^{\circ} \sim 170^{\circ}$ であり、かつ該組成物の粘度が $1\text{ c p} \sim 20\text{ c p}$ であって前記組成物の表面張力が $20\text{ d y n e} / \text{c m} \sim 70\text{ d y n e} / \text{c m}$ であることを特徴とする。上記範囲を満たすことによりノズル孔の目詰まり、インク液滴の飛行曲がりを押さえるとともに吐出を円滑にし、吐出量および吐出タイミングの制御が可能となり、インクジェット方式による安定な吐出が可能となる。

【0016】

(8) 請求項8記載の正孔注入輸送層用組成物は、前記導電性化合物が高分子である上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。高分子材料を用いることにより組成物を液体にすることができ材料設計の幅も広がる。また、高分子材料は熱的に安定で結晶化しにくく、分子設計上の自由度が高いという利点をもつ。

【0017】

(9) 請求項9記載の正孔注入輸送層用組成物は、前記導電性高分子の濃度が $0.01 \sim 10\text{ w t} \%$ である上記1ないし8のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。上記範囲を満たすことによりなるべく少ない吐出回数で必要膜厚を得ることができ、かつ正孔注入輸送層用組成物の高粘度化を押さえパターンニング精度を高めることができる。

【0018】

(10) 請求項10記載の正孔注入輸送層用組成物は、前記導電性高分子が前記溶媒として極性溶媒に溶解または分散された状態で存在する上記1ないし9のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。上記記載によれば前記正孔注入輸送層材料を溶液または分散液することにより材料設計の幅が広がるとともにインクジェット方式による吐出成膜が可能となる。

【0019】

(11) 請求項11記載の正孔注入輸送層用組成物は、湿潤剤が含まれている上記1ないし10のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。グリセリン等の湿潤剤を添加することにより組成物がインクジェットノズル孔周辺で乾燥・凝固することを有効に防ぐことができ吐出性が向上する。

【0020】

(12) 請求項 12 記載の正孔注入輸送層用組成物は、前記極性溶媒が水と低級アルコールの混合溶媒である上記 1 ないし 11 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。上記混合溶媒を用いることにより溶解性あるいは分散性を保持したまま前記正孔注入輸送層用組成物の表面張力、粘度または前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角を最適に調整することが可能となる。

【0021】

(13) 請求項 13 記載の正孔注入輸送層用組成物は、前記極性溶媒が水とセロソルブ系溶媒の混合溶媒である上記 1 ないし 11 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物。上記混合溶媒を用いることにより溶解性あるいは分散性を保持したまま前記正孔注入輸送層用組成物の表面張力、粘度または前記インクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する前記組成物の接触角を最適に調整することが可能となり、なおかつ成膜性も向上する。

【0022】

(14) 請求項 14 記載の正孔注入輸送層用組成物の製造法は、超音波処理とその後のろ過工程を有することを特徴とする上記 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物の製造方法。上記工程によれば正孔注入輸送層の成膜性を有効に向上することができ、素子の特性を向上することができる。

【0023】

(15) 請求項 15 記載の有機 EL 素子の製造法は、上記 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物をインクジェット方式によりパターン成膜することを特徴とする有機 EL 素子の製造方法。上記方法によれば前記正孔注入輸送層用組成物を簡便、短時間かつ低コストで高精度にパターンニングすることが可能となる。

【0024】

(16) 請求項 16 記載の有機 EL 素子の製造法は、上記 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物を用いたインクジェット方式によるパターン成膜後、加熱処理により正孔注入輸送層を形成する工程を有することを特徴とす

る上記 14 ないし 15 のいずれかに記載の有機 EL 素子の製造方法。上記方法によれば簡便、短時間かつ低コストで高精度にパターンニングされた前記正孔注入輸送層を形成することが可能となる。

【0025】

(17) 請求項 17 記載の有機 EL 素子は、上記 1 ないし 13 のいずれかに記載の正孔注入輸送層用組成物を用い、上記 14 ないし 16 のいずれかに記載の方法によって形成される正孔注入層を有する有機 EL 素子。上記素子は簡便、短時間かつ低コストでの製造が可能でかつ高精細な有機 EL 素子となる。

【0026】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の具体的実施例について説明する。

【0027】

(実施例 1)

本発明の実施例 1 は正孔注入輸送層用組成物に関する。

【0028】

本発明の正孔注入輸送層用組成物は、有機 EL 素子の製造に用いられる正孔注入輸送層用組成物において、導電性化合物と少なくとも 1 種類の溶媒を含むインクジェット方式によるパターン形成に用いられる正孔注入輸送層用組成物つまりインク組成物である。表 1～5 に示すインク組成物を製造し、表 6 に上記組成物のインクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する接触角、粘度および表面張力と吐出性および成膜性を評価した結果を示す。

【0029】

【表 1】

組成物 1

組成物	材料名	含有量 (wt%)
正孔注入輸送層成分	PEDT/PSS 混合水分散液 (1.0 wt%)	20
極性溶媒	水	80
湿潤剤	グリセリン	0

【0030】

【表2】

組成物2

組成物	材料名	含有量 (wt%)
正孔注入輸送層成分	PEDT/PSS混合水分散液 (1.0wt%)	20
極性溶媒	N,N-ジメチルホルムアミド	75
湿潤剤	グリセリン	5

【0031】

【表3】

組成物3

組成物	材料名	含有量 (wt%)
正孔注入輸送層成分	PEDT/PSS混合水分散液 (1.0wt%)	20
極性溶媒	水	75
湿潤剤	グリセリン	5

【0032】

【表4】

組成物4

組成物	材料名	含有量 (wt%)
正孔注入輸送層成分	PEDT/PSS混合水分散液 (1.0wt%)	20
極性溶媒	水	70
	メタノール	5
湿潤剤	グリセリン	5

【0033】

【表5】

組成物5

組成物	材料名	含有量 (wt%)
正孔注入輸送層成分	PEDT/PSS混合水分散液 (1.0wt%)	20
極性溶媒	水	65
	エトキシエタノール	10
湿潤剤	グリセリン	5

【0034】

【表6】

組成物	接触角 [°]	粘度 [cps]	表面張力 [dyne/cm]	吐出性	成膜性
1	130	1.2	73.0	×	—
2	63	0.9	38.5	×	—
3	120	4.5	68.0	○	△
4	84	4.0	62.3	◎	○
5	64	3.5	40.0	◎	◎

【0035】

吐出評価はインクジェットプリント装置（エプソン製MJ-800C）を用い、吐出による塗布後、200℃、10～60分の加熱処理後の成膜性を評価した。粘度は20℃での測定値である。

インク組成物は、以下に示す特性を有するものである。

【0036】

インクジェット用ヘッドに設けられたインク組成物を吐出するノズル面を構成する材料に対する接触角が30°～170°であり、35°～65°であることが好ましい。インク組成物がこの範囲の接触角を持つことによって、インク組成物の飛行曲がりやを制御することができ、精密なパターンニングが可能となる。この接触角が30°未満である場合、インク組成物のノズル面を構成する材料に対する濡れ性が増大するため、インク組成物を吐出する際、インク組成物がノズル

孔の周囲に非対称に付着することがある。この場合、ノズル孔に付着した組成物と吐出しようとする付着物との相互間に引力が働くため、インク組成物は不均一な力により吐出されることになり目標位置に到達できない所謂飛行曲がりが生じ、また飛行曲がり頻度も高くなる。また、 170° を超えると、インク組成物とノズル孔の相互作用が極小となり、ノズル先端でのメニスカスの形状が安定しないためインク組成物の吐出量、吐出タイミングの制御が困難になる。

【0037】

また、インク組成物の粘度は $1\text{ cps} \sim 20\text{ cps}$ であって、 $2\text{ cps} \sim 4\text{ cps}$ であることが好ましい。インク組成物の粘度が 1 cps 未満である場合、ノズル孔からインク組成物を円滑に吐出させることができない。また、組成物濃度が低くなることもある。 20 cps を超える場合も、ノズル孔からインク組成物を円滑に吐出させることができず、ノズル孔を大きくする等の装置の仕様を変更しない限り、パターンニングが困難となる。更に粘度が大きい場合、インク組成物中の固型分が析出し易く、ノズル孔の目詰まり頻度が高くなる。

【0038】

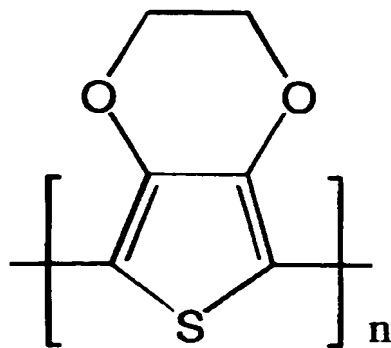
また、インク組成物の表面張力が $20\text{ dyne/cm} \sim 70\text{ dyne/cm}$ であって、 25 dyne/cm から 40 dyne/cm であることが好ましい。この範囲の表面張力にすることにより、上述した接触角の場合と同様、飛行曲がりを抑制し、飛行曲がり頻度を低く抑えることができる。表面張力が 20 dyne/cm 未満であると、インク組成物のノズル面上での濡れ性が増大するため、上記接触角の場合と同様、飛行曲がりが生じ、飛行曲がり頻度が高くなる。また、 70 dyne/cm を超えるとノズル先端でのメニスカスの形状が安定しないためインク組成物の吐出量、吐出タイミングの制御が困難になる。

【0039】

正孔注入輸送層を形成する導電性化合物は溶液からの成膜が可能で材料設計がしやすい高分子材料が好ましい。ポリアニリン、ポリシラン等の導電性高分子が挙げられるが、水を主溶媒として使えること混合比により特性を調節できることからPEDT（ポリエチレンジオキシチオフエン）

【0040】

【化1】

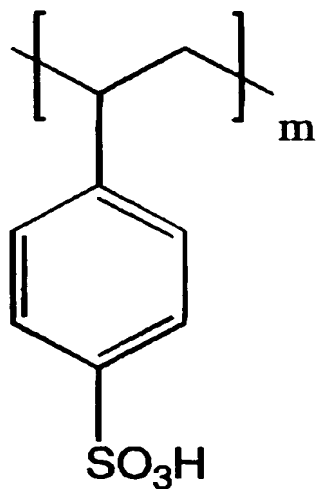


【0041】

と PSS（ポリスチレンスルホン酸）、

【0042】

【化2】



【0043】

の混合材料がより好ましい。

【0044】

導電性高分子材料の濃度は、組成物全体に対して0.01～10.0wt%が好ましく、0.1～5.0wt%が更に好ましい。導電性高分子の濃度が低すぎると必要な膜厚を得るために吐出回数が多くなってしまい量産効率が悪くなってしまう。また高すぎても粘度が高くなってしまう。

【0045】

インク組成物中には湿潤剤が含まれていることが好ましい。これによりインク組成物がインクジェットノズル口で乾燥・凝固することを有効に防止することができる。かかる湿潤剤としては、例えば、グリセリン、ジエチレングリコール等の多価アルコール類が挙げられるが、グリセリンが好ましい。湿潤剤の添加量としては、組成物全体量に対して5～20wt%程度が好ましい。

【0046】

インク組成物に用いる極性溶媒としては、水と低級アルコールの混合溶媒あるいは水とセロソルブ系溶媒の混合溶媒が好ましい。これらの溶媒を用いることにより導電性化合物の溶解性あるいは分散性を損なうことなく、インク組成物のインクジェット用ヘッドのインク吐出ノズル面を構成する材料に対する接触角、粘度および表面張力の調整が可能となる。低級アルコールとしてはメタノール、エタノールがより好ましい。セロソルブ系溶媒としては成膜性という点からもエトキシエタノールがより好ましい。

【0047】

なお、その他の添加剤、被膜安定化材料を添加してもよく、例えば、粘度調製剤、老化防止剤、pH調製剤、防腐剤、樹脂エマルジョン、レベリング剤等を用いることができる。

【0048】

(実施例2)

本発明の実施例2は正孔注入輸送層用組成物の製造工程に関する。

【0049】

表7に、表5に示す正孔注入輸送層用組成物を用いた場合の組成物製造工程の違いによる成膜性および発光特性の比較を示す。緑色発光層としてはPPV（ポ

リ（パラフェニレンビニレン））をもちいた。

【0050】

【表 7】

工程		膜質	発光輝度 [cd/m ²]	発光開始電圧 [V _a]	発光寿命 [hr]
超音波処理 ＋ ろ過	有	○	2000	3.0	5000
	無	△	1000	5.0	500

【0051】

超音波処理することにより分散性を上げ、超音波処理分散液を更にろ過したインク組成物を用いることによって平坦性の良い均一な正孔注入輸送層を得る。膜厚は0.05～0.1 μm が好ましい。低分子系材料の場合は、むしろ0.05 μm 以下が好ましい。正孔注入輸送層の成膜性は素子の発光特性に影響を及ぼす。

【0052】

（実施例 3）

本発明の実施 3 は有機 EL 素子の製造方法に関する。図 1 は有機 EL 素子の製造工程を示す図である。インクジェット方式による有機 EL 素子の製造法とは、有機 EL 素子材料インク組成物を吐出液としてヘッドから吐出させて、画素毎にパターニング成膜する手法である。

【0053】

図 1（a）に示すように、ガラス基板 102 上に ITO 透明画素電極 101 をフォトリソグラフィーにより、100 μm ピッチ、0.1 μm 厚のパターンを形成した。

【0054】

次に図 1（b）に示すように、ITO 透明画素電極間を埋め、インク垂れ防止壁（バンク）を兼ねた非感光性ポリイミド 103 をフォトリソグラフィーにより形成した。非感光性ポリイミドは幅 20 μm 、厚さ 2.0 μm とした。

【0055】

更に、図1(c)に示すように、インクジェットプリント装置(エプソン製MJ-800C)104のヘッド105から表5に示した正孔注入輸送層用インク組成物(図中106)1、2、3を吐出し、正孔注入層107をパターンニング成膜した。パターン成膜後、200℃10～60分の加熱処理により正孔注入輸送層を形成した。バンク越しの成膜は見られず、隣の画素間での漏電の起こらない高精度の正孔注入輸送層パターンが得られた。

【0056】

更に、緑色発光層としてPPV前駆体(ポリ(パラフェニレンビニレン))インク組成物を製造し、図1(d)に示すインクジェット方式により発光層組成物108を吐出し、発光層109をパターンニング成膜した。発光層109としては赤色発光を示すローダミンBをドーブしたPPVや青色発光を示すクマリンをドーブしたPPVを用いても良い。赤、緑、青の3原色発光を示す発光層を正孔注入輸送層上に更にパターンニングすることにより高精細なフルカラー有機ELディスプレイの製造が可能となる。最後に図1(e)に示す陰電極110を蒸着し有機EL素子を形成した。

【0057】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明は正孔注入輸送層用組成物を液体にすることにより材料の最適設計を可能にし、更に該液体組成物をインク化することにより、インクジェット方式による正孔注入輸送層の高精度パターンニングを可能にできる。また、正孔注入輸送層材料として導電性高分子を用いることにより高信頼性、高特性の有機EL素子を製造することが可能となる。

【0058】

インクジェット方式パターンニングは、簡便、短時間かつ低コストで製造できる有機EL素子を提供する技術である。

【0059】

本発明の有機EL素子製造法によれば、膜厚、ドット数等の条件を任意に調整可能であるため発光素子のサイズやパターンも任意に設定することができる。更

に、インクジェット方式パターニングによる赤色、緑色、青色の3原色発光層形成とを組み合わせることにより、発光特性の優れた高精細フルカラーディスプレイの開発が可能となる。

【図面の簡単な説明】

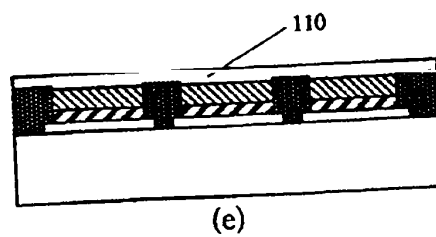
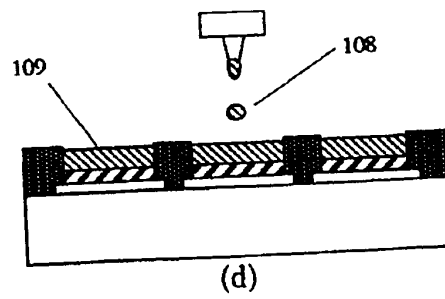
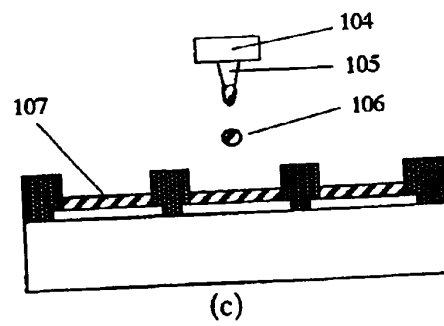
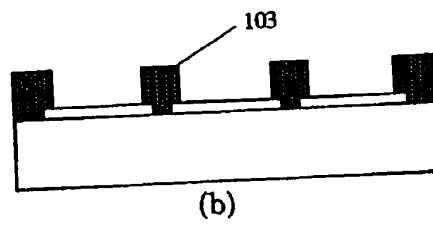
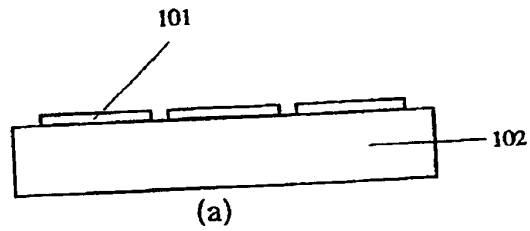
【図1】本発明の有機薄膜EL素子製造方法の工程を示す断面図。

【符号の説明】

- 101 透明画素電極
- 102 ガラス基板
- 103 ポリイミドバンク
- 104 インクジェットプリント装置
- 105 インクジェットヘッド
- 106 正孔注入層用組成物
- 107 正孔注入層
- 108 有機発光層用組成物
- 109 有機発光層
- 110 対向（陰）電極

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】正孔注入輸送層材料をインク化し、インクジェット方式によるパターンニング成膜を行うことにより、簡便、短時間かつ低コストで漏電を防ぐ高精度パターンニングを可能とする正孔注入輸送層組成物および正孔注入輸送層を有する高信頼性、高特性の積層型有機薄膜EL素子の製造方法および積層型有機EL素子を提供すること。

【解決手段】正孔注入輸送層形成用導電性高分子を少なくとも一種の極性溶媒に溶解あるいは分散させ、更に湿潤剤を加え、前記液体組成物をインク化する。上記インク組成物の超音波処理とろ過処理後、図1(c)に示すようにインクジェットプリント装置104のヘッド105から正孔注入輸送層用インク組成物106を吐出し、正孔注入輸送層107をパターンニング成膜する。

【選択図】図1

【書類名】
【訂正書類】

職権訂正データ
特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】

000002369

【住所又は居所】

東京都新宿区西新宿 2 丁目 4 番 1 号

【氏名又は名称】

セイコーエプソン株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】

100093388

【住所又は居所】

長野県諏訪市大和 3 丁目 3 番 5 号 セイコーエプソ

ン株式会社 知的財産部 内

【氏名又は名称】

鈴木 喜三郎

【選任した代理人】

【識別番号】

100095728

【住所又は居所】

長野県諏訪市大和 3 丁目 3 番 5 号 セイコーエプソ

ン株式会社 知的財産部 内

【氏名又は名称】

上柳 雅誉

【選任した代理人】

【識別番号】

100107261

【住所又は居所】

長野県諏訪市大和 3 丁目 3 番 5 号 セイコーエプソ

ン株式会社 知的財産部 内

【氏名又は名称】

須澤 修

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002369]

1. 変更年月日	1990年 8月20日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
氏 名	セイコーエプソン株式会社